

Universidade de Lisboa
Faculdade de Medicina Dentária



**Estudo In Vitro das forças de adesão à dentina de um
Sistema Adesivo Universal pela técnica Self-etch quando
aplicada uma camada adicional de resina hidrofóbica**

Maria Rolão

Dissertação

Mestrado Integrado em Medicina Dentária

2016

Universidade de Lisboa
Faculdade de Medicina Dentária



**Estudo In Vitro das forças de adesão à dentina de um
Sistema Adesivo Universal pela técnica Self-etch quando
aplicada uma camada adicional de resina hidrofóbica**

Maria Rolão

Dissertação orientada pela Dra. Catarina Coito
e co-orientada pelo Prof. Dr. Alexandre Cavalheiro

Mestrado Integrado em Medicina Dentária

2016

Agradecimentos

À minha orientadora, Dra. Catarina Coito, pela ajuda e disponibilidade que me facultou sempre que necessário, e acima de tudo pela constante alegria e simpatia, tanto nas horas laboratoriais como fora dessas.

Ao meu co-orientador, Prof. Dr. Alexandre Cavalheiro, pela realização da análise estatística e pela eficácia que demonstrou em arranjar todo o material necessário para a possível realização deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Luís Pires Lopes e à Dra. Sofia Arantes de Oliveira pela disponibilização das instalações, materiais e equipamentos do Laboratório de Biomateriais da Faculdade de Medicina Dentária da Universidade de Lisboa.

Aos meus colegas e amigos, Carolina Leitão, Sara Ribeiro e Rui Fabiano, pela companhia e apoio nas horas laboratoriais.

À Dra. e amiga Sara Palmares por toda a ajuda e partilha de experiência e informação, que me facultou ao longo deste cinco anos.

Às minhas grandes amigas, Carolina Sá e Lisa Steinhausen, pela enorme amizade partilhada, pelo apoio e carinho que me deram ao longo de todo este percurso e por me darem forças para encarar cada obstáculo da melhor forma possível.

Aos meus amigos de longa data, Mariana Fernandes, Madalena Fernandes, Mirian Reis, Rita Andrade, Inês Clara, Henrique Duarte, Sérgio Soares e Tiago Horta, por estarem ao meu lado sempre que preciso deles.

Ao meu namorado, João Caeiro, que serviu de pilar neste último ano, dando-me a motivação e felicidade necessária para esta etapa final do meu curso.

À minha família, por tudo. Ao meu pai por toda a determinação que me passou, ao meu irmão pela ajuda nas horas críticas e em especial à minha mãe e irmã, pelo amor incondicional, incentivo e amparo em todos os momentos da minha vida.

A todos, o meu sincero obrigada

Índice

Índice de Figuras	5
Índice de Tabelas	6
Índice de Gráficos.....	6
Índice de Abreviaturas.....	7
Resumo	9
Abstract.....	10
Introdução	11
Objetivos.....	16
Materiais e métodos.....	17
1. Tipo de estudo.....	17
2. Desenho do estudo	17
3.Preparação dos dentes	17
4. Distribuição e Preparação dos espécimes nos vários grupos	20
5. Preparação para os testes de microtração.....	22
6. Testes de microtração	25
Análise estatística	29
Resultados.....	30
Discussão	34
Conclusão	41
Referências	43

Índice de Figuras

Figura 1 -	Dente montado num suporte acrílico com cera colante -----	17
Figura 2 e 3 -	Corte das raízes num micrótomo, cerca de 2 mm abaixo da junção amelo-cementária, com exposição da câmara pulpar -----	18
Figura 4 -	Remoção dos restos pulpares -----	18
Figura 5 -	Preenchimento da câmara pulpar com cola de cianoacrilato -----	18
Figura 6 -	Fixação do remanescente dentário ao suporte acrílico, com cola de cianoacrilato -----	18
Figura 7/8 -	Corte do esmalte oclusal com disco de diamante e exposição da dentina média -----	19
Figura 9 -	Máquina polidora -----	19
Figura 10 -	Normalização da <i>smearlayer</i> com disco de papel abrasivo SIC de grão 600 -----	19
Figura 11 -	Resina composta -----	22
Figura 12 -	Reconstrução da amostra com cerca de 6mm de altura -----	22
Figura 13 -	Amostra pintada -----	22
Figura 14 -	Armazenamento das amostras na estufa -----	22
Figura 15/16 -	Cortes da amostra no eixo do X, segundo o maior eixo do dente.Vista lateral e oclusal -----	23
Figura 17 -	Preparação para o corte no eixo do Y. Vista lateral -----	23
Figura 18/19 -	Coroa com os dois cortes efetuados (eixo do X e do Y). Vista oclusal e lateral -----	24
Figura 20 -	Posicionamento da amostra para efetuar o último corte, perpendicular ao maior eixo do dente -----	24
Figura 21 -	Palitos obtidos após o corte -----	24
Figura 22/23 -	Máquina de teste universal -----	26
Figura 24 -	Gig de geraldeli -----	26
Figura 25 -	Espécimen antes e depois de fraturado após ter sido sujeito a força de tração -----	26
Figura 26 -	Medição da secção de um palito fraturado com craveira -----	27

Figura 27 -	Microscópio ótico -----	27
Figura 28 -	Exemplo de registo da secção, da força em KiloNewtons e do tipo de fratura de cada palito -----	28

Índice de Tabelas

Tabela 1 -	Caracterização dos palitos obtidos, por grupo e por dente -----	25
Tabela 2 -	Testes de normalidade da média de μ TBS em MPa para os dois grupos experimentais testados -----	29
Tabela 3 -	Teste de igualdade de variâncias da força de adesão à microtração em MPa -----	29
Tabela 4 -	Número de palitos testados (N), média de μ TBS e padrão de erro (M+PR), e o desvio-padrão (DP) -----	30
Tabela 5 -	Teste-t de igualdade de médias ($p > 0,05$) -----	31
Tabela 6 -	Número e % de espécimes de acordo com o tipo de fratura de cada grupo experimental testado -----	31
Tabela 7 -	Número e % total de espécimes de acordo com o tipo de fratura dos palitos testados-----	32

Índice de Gráficos

Gráfico 1 -	Gráfico de caixa-suíça, representando a média de μ TBS em MPa para os dois grupos experimentais testados. A média de μ TBS é representada pela linha central -----	30
Gráfico 2 -	Número de espécimes de acordo com o tipo de fratura de cada grupo experimental testado -----	32
Gráfico 3 -	Percentagem (%) total de espécimes testados de acordo com o tipo de fratura -----	33

Índice de Abreviaturas

ABU -All bond Universal

Hpa - Hidroxiapatite

MPa - MegaPascais

SE - Self-etch

TE - Total-etch

μTBS - Forças de adesão imediatas à microtração

Resumo

Objetivos: O objetivo do presente estudo é comparar as forças de adesão imediatas à microtração (μ TBS), do adesivo All-bond Universal (ABU), aplicado à dentina de acordo com a técnica *self-etch* (SE), com ou sem uma camada extra do adesivo Scotchbond Multipurpose. A hipótese nula testada foi de que a eficácia de união à dentina, na sequência da técnica SE, não foi afetada quando a camada extra de adesivo Scotchbond Multipurpose foi aplicada.

Métodos: Seis terceiros molares humanos recém-extraídos, intactos e sem evidência macroscópica de lesões de cárie ou restaurações, foram divididos em dois grupos de acordo com o protocolo adesivo estipulado: Grupo A: ABU – técnica SE (ABU SE) e Grupo B: ABU – técnica SE + Adesivo Scotchbond Multipurpose (ABU SE +A). Após aplicação do sistema adesivo foram efetuadas reconstruções com resina composta, com 6mm de altura e, após execução das mesmas, os dentes foram armazenados em água destilada numa incubadora durante 24 horas a 37°C. Os espécimes foram seccionados com um disco de diamante a baixa rotação e sob refrigeração com água. Os "palitos" obtidos foram testados numa máquina universal de ensaios a uma velocidade de 1mm/minuto. A análise estatística dos resultados foi realizada com o programa SPSS. Um teste t de amostras parelhadas foi realizado quando a suposição de normalidade foi válida.

Resultados: A média da μ TBS à dentina do adesivo ABU, com e sem a camada extra do adesivo Scotchbond Multipurpose, não foram estatisticamente significativas, apresentando no entanto resultados ligeiramente superiores no grupo ABU SE+A ($p=0,54$).

Conclusões: Dentro das limitações do presente estudo laboratorial, pode-se concluir que, embora os resultados do grupo ABU SE+A, tenham sido ligeiramente superiores, não são estatisticamente significativos ($p=0,54$). São necessários mais estudos para se poder afirmar haver melhorias na adesão quando aplicada uma camada extra de adesivo.

Palavras-chave: adesivos dentários, adesivos universais, adesão dentinária, resistência adesiva.

Abstract

Objectives: The purpose of the present study is to compare the μ TBS of the ABU adhesive applied to dentine according to the SE technique with or without an extra Scotchbond multipurpose adhesive layer. The null hypothesis tested was that the bonding effectiveness to dentin with the SE technique is not affected when the extra layer of Scotchbond Multipurpose adhesive is applied.

Methods: Six recently extracted human third molars, intact and without macroscopic evidence of caries or restorations, were assigned to two groups according to the etching strategy: Group A: ABU SE and Group B: ABU SE+A. After resin composite build-ups were performed with a 6mm layer, the teeth were stored in distilled water in an incubator for 24 hours at 37°C. Specimens were sectioned with a slow-speed diamond saw under water irrigation to obtain bonded sticks that were tested to failure in a universal testing machine at a crosshead speed of 1mm/minute. The statistical analysis of the results was performed with SPSS. A paired-sample t-test was performed when the assumption of normality was valid.

Results: The mean μ TBS to dentin of ABU adhesive applied following the SE approach with a extra layer of Scotchbond Multipurpose adhesive (ABU SE + A) was not statistically higher than when the extra layer was not applied (ABU SE) ($p=0,54$). The null hypothesis was accepted.

Conclusions: Within the limitations of the present laboratory study, we can concluded that, although the results of the ABU SE + A group were somewhat higher, the results to immediate bonding strength are not statistically significant ($p=0.54$). Further studies are needed to be able to claim improvements in adhesion when applied an extra layer of adhesive.

Keywords: Dental adhesives, universal adhesives, dentin bonding, microtensile bond strengths.

Introdução

A prevenção da doença é o primeiro objetivo da Medicina Dentária, mas quando confrontado com o tratamento de dentes já afetados por cáries, distúrbios do desenvolvimento ou trauma, o objetivo restaurador da dentisteria conservadora é substituir apenas o tecido afetado ou ausente (Armstrong SR et al., 1998).

O conceito de dentisteria adesiva veio substituir os princípios convencionais das restaurações dentárias, que exigiam a retenção mecânica, sacrificando tecido dentário sã. No entanto, o grande inconveniente das técnicas restauradoras adesivas é o seu tempo de vida relativamente curto (cerca de 5 anos). Aumentar a vida útil destas restaurações é, portanto, um dos objetivos cruciais da investigação em biomateriais dentários (Fakuda et al., 2003). Deste modo, a tecnologia adesiva tem evoluído rapidamente desde a sua introdução, há mais de 50 anos, sendo o maior desafio para os adesivos dentários, providenciar uma efetividade adesiva semelhante nos tecidos duros de diferentes naturezas (Van Meerbeek et al., 2011).

A adesão ao esmalte tem demonstrado tremendo sucesso clínico (Armstrong et al., 1998), contudo, a adesão à dentina é bem mais complexa, sendo a maioria das falhas das restaurações em compósito observadas essencialmente ao nível da interface dentina/adesivo (Barcellos et al., 2016).

A adesão à dentina tem sido altamente questionada quanto à durabilidade e estabilidade, devido à degradação hidrolítica da interface adesiva ao longo do tempo. Entre os vários fatores relacionados com a degradação da camada híbrida, dois fatores sobressaem: a degradação hidrolítica do polímero presente na camada híbrida ou adesiva; e a pobre infiltração da camada híbrida com fibras de colagénio desprotegidas (Barcellos et al., 2016; Breschi et al., 2008). Aparentemente, esta adesão só é alcançada quando são seguidos procedimentos de aplicação mais complicados e demorados (Van Meerbeek et al., 2011).

Previsivelmente, a busca por técnicas adesivas simples e pouco sensíveis, continua a marcar o panorama da investigação, apressando os fabricantes a desenvolverem novos adesivos dentários (Van Meerbeek et al., 2011).

O mecanismo de adesão envolve basicamente a substituição do mineral removido, dos tecidos dentários duros, pelos monómeros da resina adesiva (Munõz M et al. 2013). Este processo envolve duas fases, sendo que a primeira fase consiste na remoção de fosfato de cálcio de modo a que fiquem expostas microporosidades tanto na superfície do esmalte como da dentina. A segunda fase, chamada de hibridação, envolve a infiltração e subsequente polimerização *in situ* da resina dentro das microporosidades de superfície criadas. Isto resulta na interligação micromecânica ao substrato dentário, que é primariamente baseada no mecanismo de difusão (Operative dentistry 2003, vol. 28, nº3).

A criação de uma camada híbrida, composta por uma rede de colagénio impregnada com *primer*, adesivo e remanescentes de HAp, tem sido identificada como a estrutura com maior responsabilidade na adesão à dentina (Chasqueira A et al., 2013).

Os sistemas adesivos correntes interagem com o substrato do esmalte e da dentina através de duas estratégias diferentes. Isto é, removendo a *smear-layer* (técnica *total-etch* - TE) ou mantendo a *smear-layer* no substrato para a adesão (técnica *self-etch*-SE) (Breschi et al., 2008; Sezinando et al., 2012). A *smear-layer* é definida como a camada de detritos que se encontra na superfície do tecido dentário, criada aquando do corte do dente (Oliveira et al., 2003).

A diferença entre as duas abordagens é representada pela utilização preliminar e separada do ataque ácido no sistema TE (usualmente caracterizada por um gel de ácido fosfórico a 35-37%). O ácido, após aplicado, é mais tarde removido através de lavagem, ao contrário do que acontece com os agentes do *primer* (em ambos os sistemas), que, após aplicação, são apenas secos com ar, mantendo-se assim dentro da camada de *smear-layer* modificada. Deste modo, o método SE pode ser designado de abordagem "etch-and-dry" (Breschi et al., 2008; Taschner et al., 2010).

Os adesivos SE não requerem de ataque ácido separado pois contêm monómeros acídicos no *primer* que 'condicionam' simultaneamente o substrato dentário (Van Meerbeek et al., 2011). Assim, os cristais de hidroxiapatite (HAp) dissolvidos e a *smear layer* residual são incorporados no complexo hibridado. Toda a extensão em profundidade de dentina desmineralizada é impregnada por monómeros de resina, razão pela qual estes adesivos não são associados à sensibilidade técnica característica da adesão à dentina condicionada húmida. Esta vantagem faz com que este material seja

indicado para áreas onde o controlo adequado da humidade é difícil. Uma clara desvantagem do protocolo dos adesivos SE é a redução da efetividade adesiva ao esmalte (Munõz M et al., 2013; Oliveira et al., 2003).

Outro passo fundamental para a adesão é a aplicação de *primer* e adesivo, que podem ser feitas em separado ou combinadas, dependendo do sistema adesivo. A atual classificação dos sistemas adesivos recai no número de passos que constituem o sistema. O sistema TE (também designado de "*etch-and-rinse*") pode ser de três ou dois passos, dependendo se o *primer* e o adesivo se encontram num só recipiente ou não. O mesmo se verifica no sistema SE (ou "*etch-and-dry*"), que pode ser de um ou dois passos consoante se os agentes ácido/*primer* se encontram separados ou combinados com o adesivo no mesmo recipiente, permitindo um único procedimento de aplicação (Breschi et al., 2008; Sezinando et al., 2012).

Os sistemas adesivos, TE dois passos e SE um passo, têm uma grande quantidade de monómeros hidrofílicos e não possuem uma resina hidrofóbica sobre a camada de *smear-layer*. Isto gera uma camada híbrida que funciona como membrana semipermeável, permitindo o movimento de água através das interfaces, mesmo após polimerização. Consequentemente, ocorre uma degradação da camada híbrida com hidrólise da resina e rutura do colagénio, comprometendo o mecanismo de adesão ao longo do tempo (Chasqueira A et al., 2013).

Independentemente do número de passos, a maior desvantagem do sistema adesivo TE, é o risco de ocorrer o colapso das fibras de colagénio durante o processo de secagem da dentina desmineralizada, o que leva a uma diminuição da força adesiva (Munõz M et al., 2013). O colapso do colagénio é prevenido mantendo a dentina desmineralizada húmida, o que é uma tarefa difícil de realizar clinicamente. Segundo Munõz M et al. (2013), a humidade adequada depende tanto do solvente usado no material como, da interpretação clínica das indicações do fabricante. Foi a incompleta impregnação das fibras de colagénio e a necessidade de protegê-las contra os mecanismos de degradação presentes no ambiente da cavidade oral, que levou ao desenvolvimento do sistema adesivo SE.

Contudo, os tradicionais sistemas adesivos TE três passos são até hoje considerados os '*gold standard*' (Van Meerbeek et al., 2010).

A abordagem SE tem sido reivindicada como sendo "amiga do utilizador" (menor tempo de aplicação, menos passos) e com uma técnica menos sensível. Assim sendo, resulta numa performance clínica mais confiável, embora isto dependa muito do produto. Outro importante benefício clínico destes adesivos é ausência ou diminuição da sensibilidade pós-operatória experienciada pelos pacientes (comparativamente com os sistemas adesivos TE). Isso deve em boa medida ser atribuído à sua menor agressividade (com relação à dentina e quando comparado com o condicionamento com ácido fosfórico) e, portanto, uma interação mais superficial com a dentina, deixando os túbulos amplamente obstruídos com *smear-layer* (Van Meerbeek et al., 2011; Pashley et al., 2001). Para além disto, nesta abordagem, a simultânea infiltração da resina com o processo de autocondicionamento, faz com que o risco de discrepâncias entre ambos os processos seja baixo ou inexistente (Operative dentistry 2003, vol. 28, nº 3). Todos estes favoráveis fatores chave levaram a um aumento da popularidade destes adesivos na prática atual de medicina dentária (Van Meerbeek et al., 2011). No entanto, têm estado associados à falta de retenção e à deficiente adaptação marginal, nano-infiltração, aprisionamento de água dentro do adesivo e separação ou perda de componentes de resina (Chasqueira A et al., 2013).

A abordagem SE pode ainda ser subdividida em 'Forte' ($\text{pH} < 1$), 'Intermediamente forte' ($\text{pH} \approx 1.5$), 'Suave' ($\text{pH} \approx 2$), e 'Ultra Suava' ($\text{pH} \geq 2.5$), dependendo da intensidade de desmineralização. Este sistema dissolve a *smear-layer* mas não remove o fosfato de cálcio dissolvido, logo não existe a fase '*rinse*'. Portanto, quanto mais intenso for o sistema SE, mais fosfato de cálcio é dissolvido e incorporado no interior da zona de transição da interface, o que vai provocar um menor desempenho na adesão à dentina. Quanto menos intenso é o adesivo, mais *smear-layer* pode eventualmente interferir com a adesão. Os adesivos SE 'Suave' parecem lidar razoavelmente bem com a *smear-layer*, produzindo uma micro camada híbrida com substanciais cristais de HAp a proteger as fibrilhas de colagénio (Van Meerbeek et al., 2010; Wagner et al., 2014).

Uma nova família de adesivos dentários, conhecida como sistemas adesivos 'Universais', '*Multi-purpose*' ou '*Multi-mode*', tem sido recentemente introduzida no mercado. Estes novos adesivos dão ao médico dentista a oportunidade de decidir qual a estratégia adesiva a usar: TE ou SE, de acordo com a que se adequa mais à cavidade preparada, de modo a otimizar o resultado final. Por exemplo, quando a restauração

requer uma forte ligação ao esmalte ou à dentina esclerótica, pode ser aconselhável aplicar condicionamento prévio. O passo de 'ataque ácido' pode ser modulado de acordo com o tempo que o gel de ácido fosfórico é aplicado antes de enxaguar. Por outro lado, é preferível beneficiar da técnica SE quando se trata de casos de difícil acesso, tempo limitado ou baixa *compliance* dos pacientes, quando muito jovens. Vários aspetos devem ser considerados para explicar como os adesivos funcionam. O esmalte contém 96 % de minerais, 1,7 % de proteínas e 2,3% de água, ao passo que a dentina é composta por 69 % de minerais, 17,5 % de proteínas e 13,2 % de água. O modo de ação dos adesivos universais devem seguir mecanismos diferentes para os dois substratos. No entanto, ainda há pouca informação na literatura sobre o desempenho deste grupo de adesivos (Hanabusa et al., 2012; Munõz M et al., 2013; Perdigão J et al., 2014; Grégoire G et al., 2016).

Diferentes abordagens clínicas têm sido propostas para melhorar a infiltração do monómero: uso de uma camada extra de resina hidrofóbica; aplicação de múltiplas camadas; melhorar a evaporação do solvente e prolongar os intervalos de tempo de polimerização, são algumas das modificações do protocolo clínico que têm demonstrado melhorias na adesão (Taschner et al., 2014).

Tem sido reportado que os adesivos SE de um passo, quando aplicado em duas camadas, podem resultar numa infiltração mais uniforme do adesivo na *smear-layer* que cobre a dentina, melhorando o seu desempenho, tanto in vitro como clinicamente (Taschner et al., 2014; Perdigão J et al., 2014).

A análise da adesão à dentina tem sido realizada por vários métodos de ensaios mecânicos, incluindo a resistência ao cisalhamento, resistência à tração, infiltração e, medições do tamanho dos 'gaps' após contração (Armstrong et al., 1998). O teste de microtração produz uma medição mais consistente da força adesiva que o teste convencional de cisalhamento. Permite a medição de forças de ligação que utilizam superfícies adesivas com uma área de secção transversal na gama de 0,5 a 1,5 mm². Outras vantagens sobre o teste convencional à força de tração de cisalhamento são (1) a utilização de apenas um dente para fazer várias interfaces adesivas; (2) testar substratos diferentes, como dentina decídua, dentina esclerosada e dentina cariada; e (3) testar diferenças locais na força de adesão dentro do mesmo dente (Perdigão J et al., 2002).

A capacidade para reproduzir dados entre laboratórios tem sido bastante limitada devido à falta de padronização experimental e a variabilidade de substratos. Um acordo sobre a padronização de testes é complicada pelo enorme número de variáveis de teste envolvidas e a natureza variável da heterogeneidade da dentina (Armstrong et al., 1998).

Um teste de força adesiva pelo método de microtração foi desenvolvido por Sano et al. (1994b). Pashley et al. (1995), indicaram um número de potenciais vantagens para este método: (1) mais falhas adesivas, menos falhas coesivas ; (2) podem ser medidas forças de ligação mais elevadas entre interfaces; (3) a capacidade de medir forças de ligação locais; (4) significâncias e variâncias podem ser calculadas para dentes individuais; (5) permite verificar a adesão a superfícies irregulares; (6) permite verificar áreas muito pequenas e, (7) facilitam o exame das ligações falhadas por microscopia eletrônica de varrimento (MEV) (Armstrong et al., 1998).

Objetivos

Deste modo, o objetivo deste estudo experimental In vitro é avaliar as forças adesivas imediatas à dentina de um Sistema Adesivo Universal (All-Bond Universal™ Adhesive, Bisco, Schaumburg, IL, USA) quando aplicado, segundo as instruções do fabricante, pela técnica Self-etch, e do mesmo Sistema Adesivo Universal quando aplicada uma camada adicional de resina hidrofóbica (Adper™ Scotchbond™ Multi-Purpose, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA), segundo as instruções do fabricante. Para isto foi utilizado o teste de microtração, tendo em conta todas as suas vantajosas propriedades, com vista a melhorar o desempenho dos sistemas SE.

A hipótese nula testada foi de que a eficácia de união à dentina, na sequência da técnica SE, não foi afetada quando adicionada ao Sistema Adesivo Universal (All-Bond Universal™ Adhesive, Bisco, Schaumburg, IL, USA) uma camada adicional de resina hidrofóbica (Adper™ Scotchbond™ Multi-Purpose, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA), segundo as instruções do fabricante, antes da polimerização.

Materiais e métodos

1. Tipo de estudo

Estudo experimental *In vitro*, do efeito da técnica SE do adesivo universal (All-Bond Universal™ Adhesive, Bisco, Schaumburg, IL, USA), com ou sem uma camada extra de uma resina hidrofóbica (Adper™ Scotchbond™ Multi-Purpose, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA), nas forças imediatas de adesão à dentina, medidas por testes de microtração.

2. Desenho do estudo

Uma amostra composta por 6 terceiros molares humanos foi dividida aleatoriamente por 2 grupos, cada um com 3 dentes, segundo a estratégia de adesão: Grupo A: All-Bond Universal – técnica SE (ABU SE) e Grupo B: All-Bond Universal – técnica SE + Adesivo Scotchbond Multipurpose (ABU SE +A). Os molares utilizados foram dentes recém extraídos intactos, sem evidências macroscópicas de lesões de cárie ou restaurações. Todos os tecidos aderentes e sangue foram removidos em água corrente e armazenados numa solução de Cloramina T a 0,5% por uma semana. Posteriormente foram colocados em água destilada e armazenados a uma temperatura de 4°C e por um período máximo total de 6 meses, de acordo com as normas ISO/TS 11405 (ISO/TS 11405:2003).

3.Preparação dos dentes

1. As coroas dos dentes foram unidas a suportes acrílicos com cera colante, perpendicularmente ao maior eixo do dente.

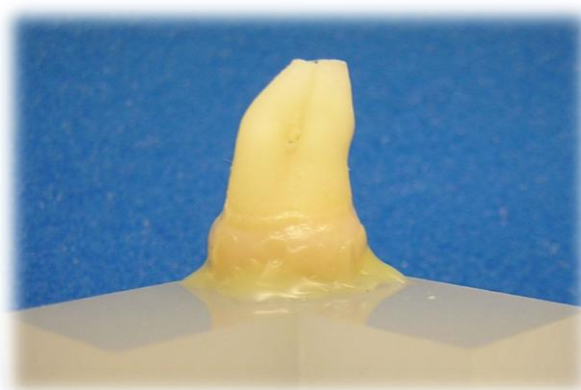


Fig. 1 – Dente montado num suporte acrílico com cera colante

2. Cortaram-se as raízes 2 mm abaixo da junção amelo-cementária (aproximadamente a 2mm da furca) com um disco de diamante (Diamond Wafering Blade -10,2cm* 0,3mm- Series 15HC, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA), num micrótomo de tecidos duros (Isomet 1000 PrecisionSaw, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA) a baixa rotação, sob refrigeração com água.

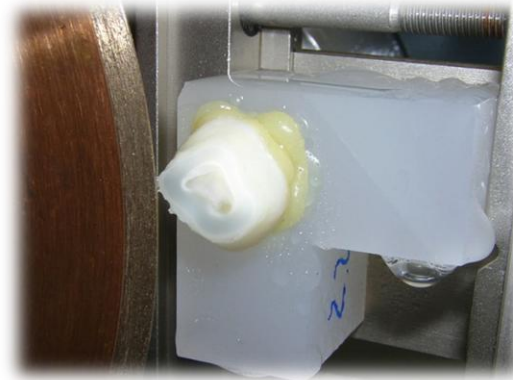


Fig. 2 e 3 – Corte das raízes num micrótomo, cerca de 2 mm abaixo da junção amelo-cementária, com exposição da câmara pulpar

3. Os tecidos pulpares foram removidos das câmaras com uma cureta de dentina e as mesmas preenchidas com uma cola de cianoacrilato (737 BlackMagic Toughened adhesive, Permabond, Hampshire, UK). Retiraram-se as coroas dos suportes acrílicos e colaram-se, agora pela superfície de corte, aos suportes segundo o maior eixo do dente, com a mesma cola.

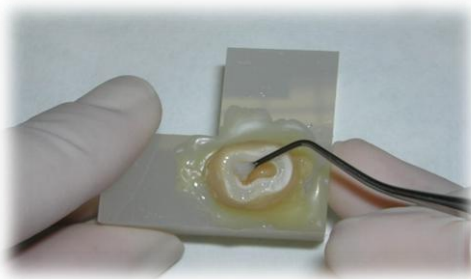


Fig. 4 – Remoção dos restos pulpares

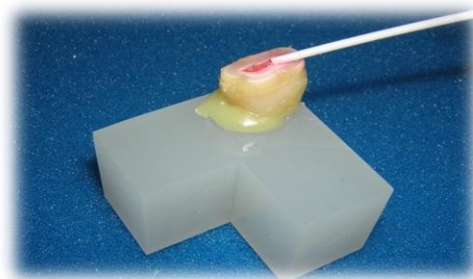


Fig. 5 – Preenchimento da câmara pulpar com cola de cianoacrilato



Fig. 6 – Fixação do remanescente dentário ao suporte acrílico, com cola de cianoacrilato

4. Seguidamente, foi eliminado o esmalte oclusal e a dentina superficial, com um corte perpendicular ao longo eixo do dente, para expor a dentina média, com um disco de diamante a baixa rotação e sob refrigeração com água.

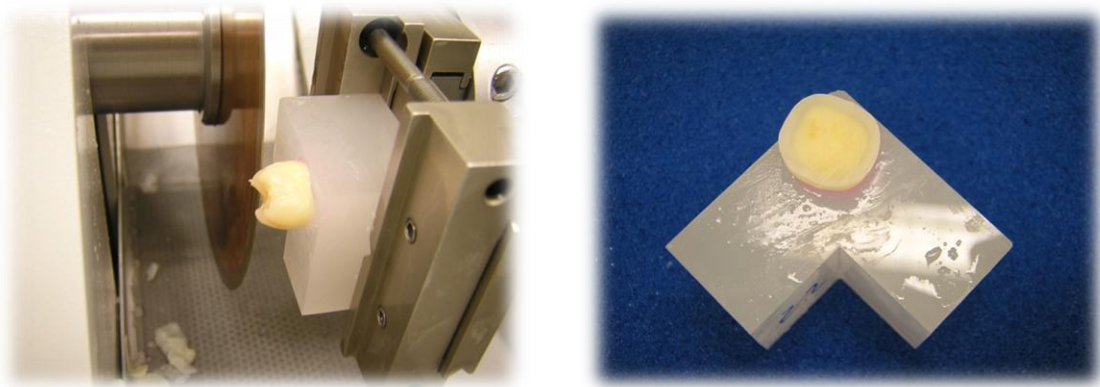


Fig. 7 e 8 – Corte do esmalte oclusal com disco de diamante e exposição da dentina média

5. Com o objetivo de formar uma *smear-layer* semelhante à que é obtida em situações clínicas, a superfície dos dentes foi polida com discos de papel abrasivo de carbureto de silício (SiC) de grão 600 (Ultra-Prep, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA), numa máquina polidora (Lunn Major, Struers, Denmark) de acordo com a norma ISO TR 11405 standard, durante 60 segundos sob irrigação com água (Pashley *et al.*, 1988).



Fig. 9 – Máquina polidora



Fig. 10 – Normalização da *smear-layer* com disco de papel abrasivo SiC de grão 600

Procedeu-se de seguida à aplicação do sistema adesivo de acordo com a distribuição nos respetivos grupos experimentais.

Os espécimes foram mantidos em água destilada até ao momento da sua restauração.

4. Distribuição e Preparação dos espécimes nos vários grupos

Os seis segmentos de coroa foram distribuídos aleatoriamente pelos dois grupos adesivos. A ordem em que os segmentos de coroa foram tratados foi aleatória, para evitar a possível distorção devido a qualquer sequência particular do tratamento. Todos os procedimentos de tratamento foram realizadas pelo mesmo operador, da forma que é seguidamente descrito :

Grupo A: All-Bond Universal™ Adhesive (Bisco, Schaumburg, IL, USA)
aplicado segundo as instruções do fabricante pela técnica self-etch - (ABU SE)

1. Preparou-se a cavidade e lavou-se abundantemente com seringa de água. Foi utilizado um *pellet* absorvente, para absorver a água em excesso (sem desidratar).
2. Colocou-se 1 a 2 gotas de ABU num godet limpo. Tapando imediatamente o frasco, de maneira a evitar a evaporação do solvente.
3. Aplicou-se duas camadas separadas de ABU, esfregando a preparação com um micro-aplicador durante 15 segundos por camada. Sem fotopolimerizar entre camadas.
4. Evaporou-se o solvente em excesso com seringa de ar durante pelo menos 10 segundos, a uma distância de cerca de 10 cm e a baixa pressão, aumentando a pressão à medida que se diminuiu a distância até perto de 1-2 mm da superfície dentária, não devendo após este período observar-se qualquer movimento visível do adesivo. A superfície deveria ter uma aparência brilhante uniforme, caso contrário, aplicou-se uma camada adicional de ABU e repetiu-se os passos 2 e 3.
5. Fotopolimerizou-se durante 10 segundos.
6. Colocou-se o material de restauração segundo as instruções do fabricante.

Grupo B: All-Bond UniversalTM Adhesive (Bisco, Schaumburg, IL, USA) aplicado segundo as instruções do fabricante, pela técnica self-etch + AdperTM ScotchbondTM Multi-Purpose (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) - (ABU SE +A)

1. Preparou-se a cavidade e lavou-se abundantemente com seringa de água. Foi utilizado um *pellet* absorvente, para absorver a água em excesso (sem desidratar).
2. Colocou-se 1 a 2 gotas de ABU - num godet limpo. Tampando imediatamente o frasco, de maneira a evitar a evaporação do solvente.
3. Aplicou-se duas camadas separadas de ABU, esfregando a preparação com um micro-aplicador durante 15 segundos por camada. Sem fotopolimerizar entre camadas.
4. Evaporou-se o solvente em excesso com seringa de ar durante pelo menos 10 segundos, a uma distância de cerca de 10 cm e a baixa pressão, aumentando a pressão à medida que se diminuiu a distância até perto de 1-2 mm da superfície dentária, não devendo após este período observar-se qualquer movimento visível do adesivo. A superfície deveria ter uma aparência brilhante uniforme, caso contrário, aplicou-se uma camada adicional de ABU e repetiu-se os passos 2 e 3.
5. Aplicou-se o adesivo Scotchbond Multipurpose em toda a cavidade com um aplicador descartável. Deixando uma camada fina e uniforme de adesivo, removendo o excesso com o mesmo aplicador e usando um suave jacto de ar.
6. Fotopolimerizou-se durante 10 segundos.
7. Colocou-se o material de restauração segundo as instruções do fabricante

>>> A polimerização do adesivo foi efetuada durante 10 segundos a uma distância de 1-2mm da superfície, com um fotopolimerizador Elipar S10 (3M ESPE Seefeld, Alemanha), com intensidade de 600 mW/cm², controlado periodicamente por um radiómetro (Curing Radiometre P/N 10503, USA).

A todas as amostras, foi aplicada a resina composta ENAMEL plusHRi (MiceriumS.p.A. Avegno (GE) Italy), cor UD4, em camadas de aproximadamente 2 mm, fotopolimerizadas entre si durante 20 segundos, segundo as indicações do fabricante, até perfazer uma altura de aproximadamente 6 mm. As faces mesial, distal vestibular e lingual foram sucessivamente polimerizadas por mais 10 segundos cada.



Fig. 11 – Resina composta



Fig. 12 – Reconstrução da amostra com cerca de 6mm de altura

5. Preparação para os testes de microtração

A face exterior da resina composta de todos os espécimes foi pintada com tinta à prova de água, com o objetivo de excluir do estudo os palitos nos quais a adesão foi feita em esmalte.

Os dentes foram armazenados em água destilada numa estufa de incubação durante 24h a 37°C, de acordo com a norma ISO TR 11405 standard, e registado o dia e a hora da reconstrução.

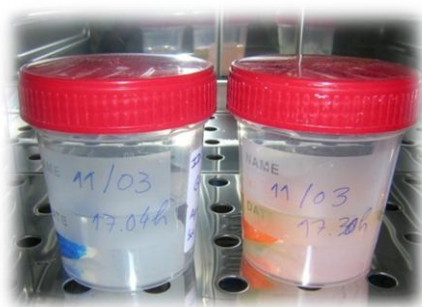


Fig. 13 – Amostras pintadas



Fig. 14 – Armazenamento das amostras na estufa. Foram registadas a data e a hora da preparação de cada dente

Posteriormente, foram efetuados cortes paralelos ao maior eixo do dente (eixo do X), com uma distância de aproximadamente 1 mm, utilizando um disco de diamante (Diamond Wafering Blade - 10,2cmx0,3mm - Series 15HC, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA), a baixa rotação e sob refrigeração com água, num micrótomo de tecidos duros (Isomet 1000 Precision Saw, Buehler Ltd. Ltd., Lake Buff, IL, EUA). Seguidamente, o dente foi rotacionado 90° e foram executados novos cortes, com as mesmas características dos primeiros (eixo do Y), com o objetivo de obter palitos com uma área de, aproximadamente, 0,7 mm² ou 1 mm². Por fim, foi efetuado um último corte na base da raiz, perpendicular ao longo eixo do dente, para separar os palitos do suporte acrílico.

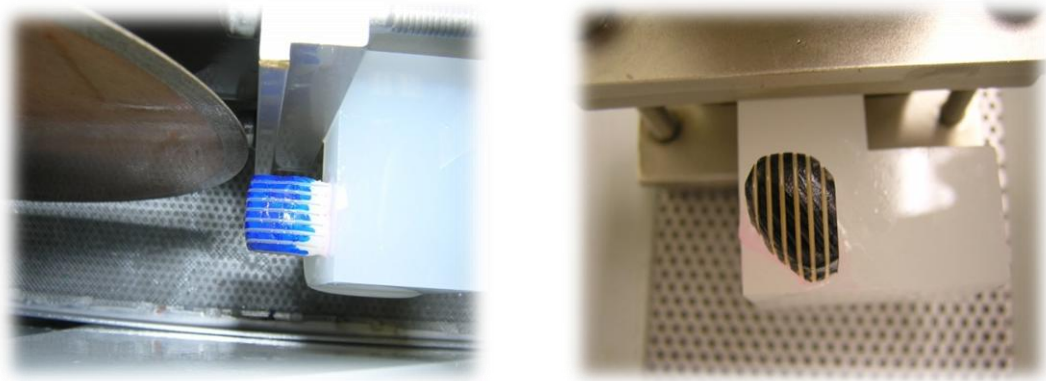


Fig. 15 e 16 – Cortes da amostra no eixo do X, segundo o maior eixo do dente. Vista lateral e oclusal

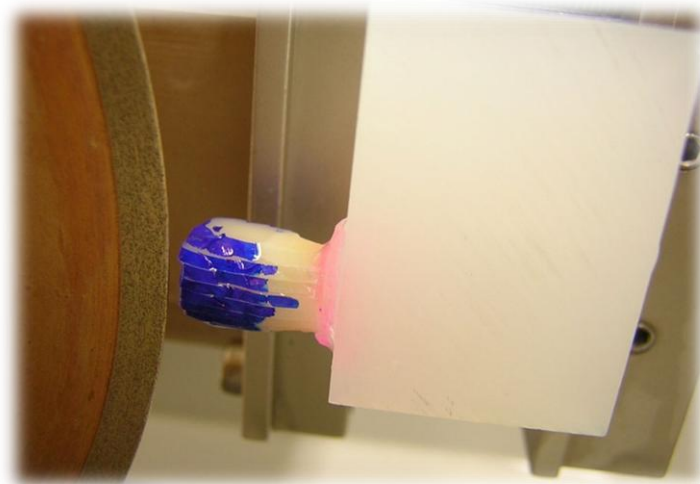


Fig. 17 – Preparação para o corte no eixo do Y. Vista lateral

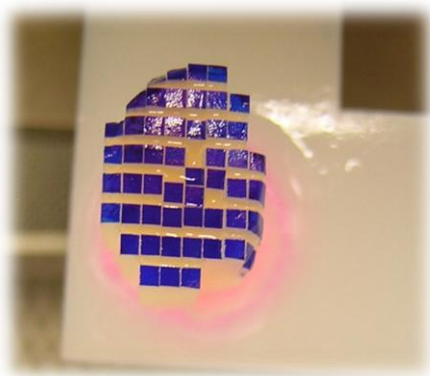


Fig. 18 e 19 – Coroa com os dois cortes efectuados (eixo do X e do Y). Vista oclusal e lateral

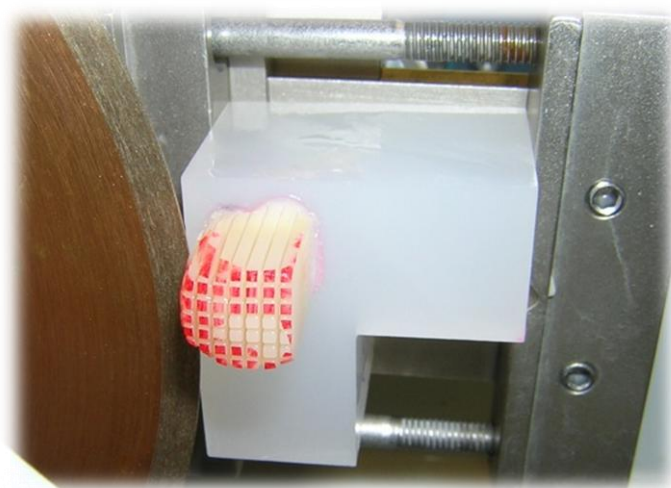


Fig. 20 – Posicionamento da amostra para efetuar o último corte, perpendicular ao maior eixo do dente

Fig. 21 - Palitos obtidos após o corte



Durante o processo de preparação, descolaram-se alguns palitos e perderam-se outros, que foram registados em tabelas. Consideraram-se palitos descolados, os que se separaram na interface adesiva durante os cortes para a obtenção dos mesmos e palitos perdidos, aqueles que se fraturaram ou se perderam durante a preparação para os testes. No total dos vários grupos foram obtidos X palitos para os testes de microtração.

Os palitos obtidos foram guardados em caixas de Petri com água destilada, durante um período máximo de 24 horas, até à realização dos testes de microtração.

	Dente	Palitos obtidos	Palitos descolados	Palitos perdidos	Falha na cola	Palitos tracionados	Palitos testados por grupo
Grupo A (ABU SE)	1	27	5	2	0	20	59
	2	25	0	6	0	19	
	3	23	0	3	0	20	
Grupo B (ABU+A SE)	1	30	0	0	1	29	77
	2	31	0	6	0	25	
	3	26	0	2	1	23	
Total		162	5	19	2	136	136

Tabela 1 – Caracterização dos palitos obtidos , por grupo e por dente

6. Testes de microtração

Cada palito foi colado individualmente num GIG de Geraldelli's adaptado, com a cola de cianoacrilato (737 Black Magic Toughened adhesive, Permabond, Hampshire, UK) e testados um a um. Foram sujeitos a uma força de tração numa máquina de Teste Universal (Instron 4502 Series, Serial no. H3307, Instron Corporation, Canton, MA, USA), com uma célula de carga de 1 KN, a uma velocidade de 1 mm/minuto até ocorrer fratura.



Fig. 22 e 23 – Máquina de teste universal



Fig. 24 – Gig de geraldeli

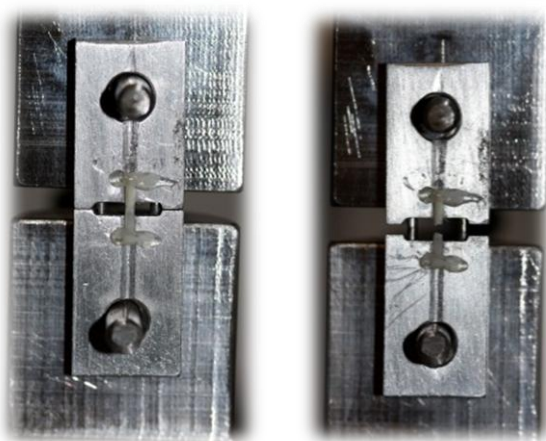


Fig. 25 – Espécimen antes e depois de fraturado após ter sido sujeito a força de tração

Mediu-se a secção de cada espécimen fraturado com uma craveira digital/eletrónica (Ficher Darex, France), e determinou-se a área em milímetros quadrados (mm^2). Cada fratura foi observada ao microscópio ótico (Nikon, Japan), com uma ampliação de 10X, para se caracterizar o tipo de fratura ocorrida (coesiva, adesiva ou mista). Quando a fratura ocorreu exclusivamente na dentina foi denominada como coesiva de dentina (CD) e quando ocorreu exclusivamente na resina composta foi classificada como coesiva de compósito (CC). Quando a fratura ocorreu na interface dentina-adesivo, denominou-se de adesiva (A) e, quando atingiu tanto a dentina como a resina composta, foi denominada como mista (M).



Fig. 26 – Medição da secção de um palito fraturado com craveira



Fig. 27 – Microscópio ótico

A área de superfície de cada palito e a sua resistência à fratura, medida em KiloNewtons (KN), foram registadas e, a partir delas, calculadas as forças de adesão em MegaPascals (MPa) (Perdigão *et al.*, 2006).

SE + A 2

DEPARTAMENTO DE DENTISTERIA OPERATÓRIA, FMDUL

Teste de Micro-Tração

Projecto de Investigação: _____ Data: 11/02/2016

Operador: Mauro Rolon, Carolina Lencastre Orientador: Dra. Catarina Costa

Palito	W	L	ÁREA	FORÇA	MPa	Tipo Fratura	Espécimen
1	1,06	1,11		0,0115		A	
2	1,08	1,10		0,0211		A	
3	1,08	1,14		0,0199		M	
4	1,05	0,97		0,0210		A	
5	1,16	0,92		0,0301		A	
6	1,09	1,05		0,0172		CD	
7	1,14	1,10		0,0144		A	
8	1,04	1,02		0,0144		M	
9	1,14	1,02		0,0261		A	
10	1,15	0,91		0,0265		A	
11	1,10	1,01		0,0210		M	
12	1,04	0,88		0,0012		A	
13	1,10	1,04		0,0189		A	
14	1,11	1,11		0,0407		A	
15	1,11	1,06		0,0257		M	
16	1,21	0,97		0,0263		M	
17	1,11	1,10		0,0250		A	
18	1,10	0,90		0,0197		M	
19	1,17	1,11		0,0106		A	
20	1,13	1,06		0,0451		A	
21	1,03	0,92		0,0002		CD	
22	1,09	1,08		0,0185		A	
23	0,98	0,97		0,0313		A	
24	1,09	1,06		0,0329		A	
25	1,12	0,98		0,0104		M	

Total palitos: 31 Descolados: 0 Perdidos: 6 Falha na cola: 0

Fig.28 – Exemplo de registo da secção, da força em KiloNewtons e do tipo de fratura de cada palito

Análise estatística

A análise estatística dos resultados foi realizada através do teste paramétrico emparelhado t-test, utilizando o programa de software SPSS Statistics for MAC Version 20 (SPSS Inc., Chicago, IL, USA). Um teste t de amostras pareadas foi realizado quando a suposição de normalidade foi válida: os testes de Kolmogorov- Smirnov e Shapiro- Wilk foram usados para avaliar se os dados seguiram uma distribuição normal (Tabela 1) e, o Teste de Levene foi utilizado para determinar se a hipótese de igualdade de variâncias era válida (Tabela 2). O intervalo de confiança estabelecido foi de 95%. O número de palitos descolados e perdidos, em cada grupo de teste, aquando da preparação, foi registado, porém não incluído para análise estatística (Perdigão et al., 2006) .

		Kolmogorov-Smirnov ^a			Shapiro-Wilk		
Grupo		Estatística	Df	Sig.	Estatística	Df	Sig.
MPa	SE+A	,086	77	,200 [*]	,974	77	,118
	SE	,120	59	,035	,873	59	,000

Tabela 2 - Testes de normalidade da média de μ TBS em MPa para os dois grupos experimentais testados

T este de Levene para a Igualdade de Variâncias			
		F	Sig.
MPa	Igualdade de variâncias assumida	1,667	,199
	Igualdade de variâncias não assumida		

Tabela 3 - Teste de igualdade de variâncias da força de adesão à microtração em MPa

Resultados

O número de palitos testados (N), a média de μ TBS e o padrão de erro (M+PR), e o padrão de divisão (PD) são mostrados na tabela 4.

Foram testados um total de 136 (cento e trinta e seis) palitos, 59 (cinquenta e nove) correspondentes ao grupo ABU SE (N=59) e 77 (setenta e sete) correspondentes ao grupo ABU SE+A (N=77) e, ambos segundo as instruções do fabricante.

	Grupo	N	M \pm PR	DP
MPa	SE	59	24,6 \pm 1,	13,1
	SE+A	77	726,1 \pm 1,5	13,4

Tabela 4 - Número de palitos testados (N), média de μ TBS e padrão de erro (M+PR), e o desvio-padrão (DP)

A análise estatística com o teste-t determinou que a média da μ TBS obtida quando aplicado, segundo as instruções do fabricante, o adesivo ABU SE (24,6 \pm 1,7MPa) foi ligeiramente inferior comparativamente à obtida quando aplicado, segundo as instruções do fabricante, o adesivo ABU SE+A, antes da polimerização (ABU SE+A = 26,1 \pm 1,5 MPa). Sendo o valor de p superior a 0,05 (p=0,54), a diferença não é estatisticamente significativa.

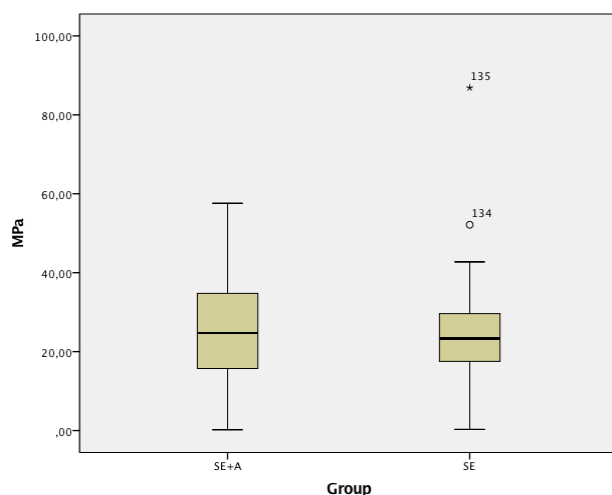


Gráfico 1 - Gráfico de caixa-suíça, representando a média de μ TBS em MPa para os dois grupos experimentais testados. A média de μ TBS é representada pela linha central

Depois de se observar a distribuição de normalidade de dados e a igualdade de variâncias, os resultados da μ TBS foram analisados utilizando um teste-t simples de amostras parelhadas. O intervalo de confiança foi de 95%.

	Teste de Igualdade de Médias				
	T	Df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	Std. Error difference
Igualdade de variâncias assumida	,614	134	,540	1,41181	2,29768
Igualdade de variâncias não assumida	,617	126,692	,538	1,41181	2,28879

Tabela 5 - Teste-t de Igualdade de Médias ($p > 0,05$)

A distribuição do modo de fratura dos espécimes é demonstrado na tabela 6 e no gráfico 2 de acordo com o grupo experimental.

Grupo	Adesiva	Mista	Coesiva de dentina	Coesiva de compósito	Total	Fraturas prévias ao teste
ABU SE+A	54 (70,1%)	15 (19,5%)	3 (3,9%)	5 (6,5%)	77	9
ABU SE	31 (52,5%)	14 (23,7%)	1 (1,7%)	13 (22%)	59	16

Tabela 6 - Número e % de espécimes de acordo com o tipo de fratura de cada grupo experimental testado.

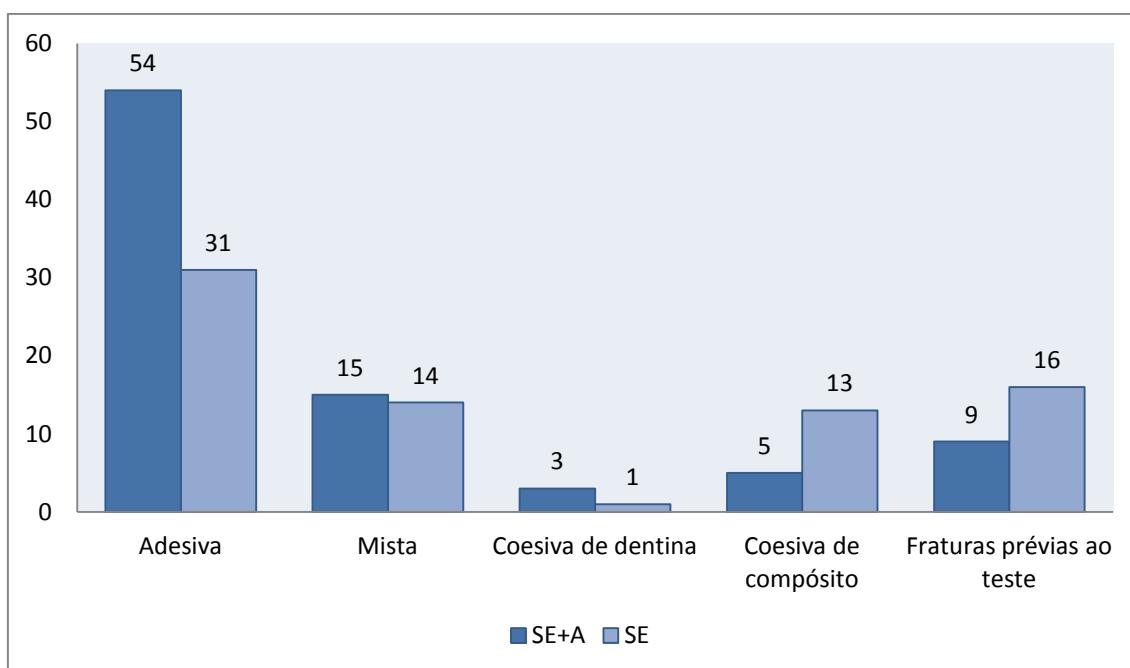


Gráfico 2 - Número de espécimes de acordo com o tipo de fratura de cada grupo experimental testado.

A análise do tipo de fratura revelou uma predominância da fratura do tipo adesiva no total dos palitos testados em ambos os grupos (62,5 %). Seguiu-se a fratura mista, correspondendo a 21,3% da totalidade, e por último, as fraturas coesivas de compósito e coesivas de dentina com 13,2% e 2,9 % respetivamente.

Modo de fratura	N	%
Adesiva	85	62,5
Mista	29	21,3
Coesiva de dentina	4	2,9
Coesiva de compósito	18	13,2
Total	136	-

Tabela 7 - Número e % total de espécimes de acordo com o tipo de fratura dos palitos testados.

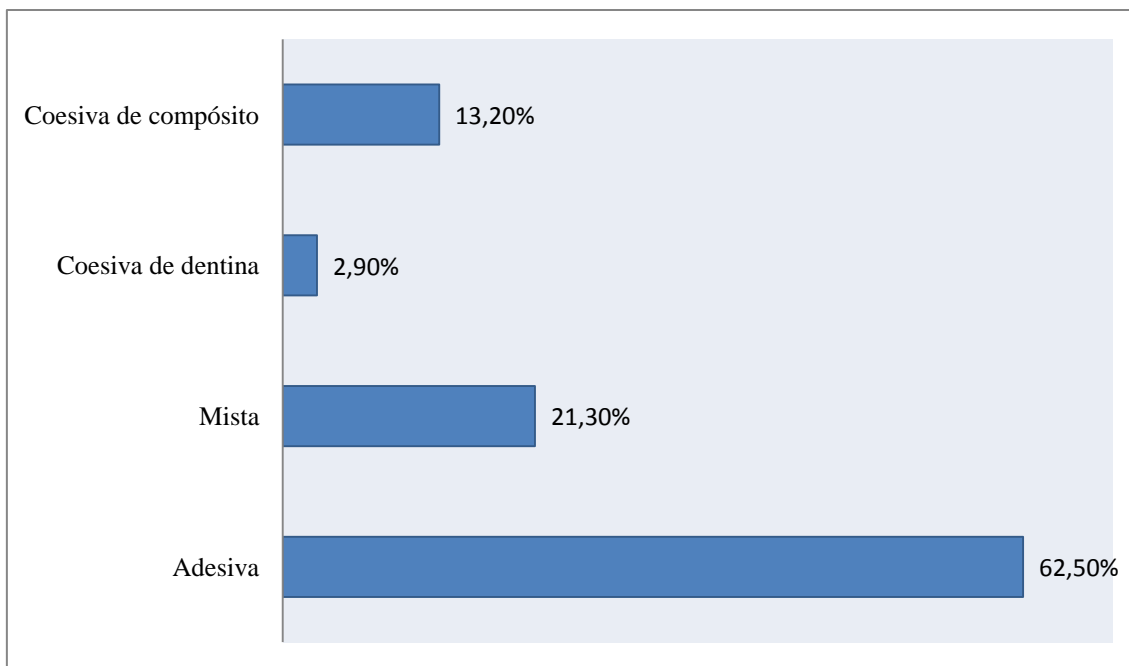


Gráfico 3 - Percentagem (%) total de espécimes testados de acordo com o tipo de fratura.

Discussão

Há uma tendência em curso entre os fabricantes em continuar a simplificar a tecnologia de adesão para o menor número de passos possíveis, de modo a satisfazer a demanda dos médicos para procedimentos adesivos mais rápidos e com uma técnica menos sensíveis. Foram recentemente introduzidos novos adesivos denominados de 'Universais , Multi-mode' que são projetados para a adesão dentária através da técnica SE ou TE, num recipiente único, com reivindicações de fabricantes de como não há compromisso sobre a eficácia da adesão (Chen et al., 2015). O All-Bond Universal™ Adhesive (Bisco, Schaumburg, IL, USA) pertence a esta nova família de adesivos. No presente estudo, foi testado o adesivo ABU com a técnica SE, com ou sem camada extra de adesivo Scotchbond Multipurpose.

Durante a preparação dos dentes para teste, a superfície dentinária foi polida com um papel abrasivo de Carbetto de silício (SiC) de grão 600 (Ultra-Prep, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA) numa máquina polidora (Lunn Major, Struers, Denmark) segundo as normas ISO/TR 11405, durante 60 segundos sob irrigação com água destilada. Esta preparação de superfície é semelhante à realizada na maior parte dos estudos experimentais *In vitro* de adesão à dentina (De Munk, et al., 2003; Marchesi et al., 2014; Muñoz et al., 2014; Perdigão et al. e 2014; Shibata et al., 2016). Apesar de conveniente a sua utilização em laboratório, na clínica são utilizados instrumentos rotatórios para preparação dentária (Pashley et al., 1995). As forças de adesão à smear layer formada após polimento com papel abrasivo são inferiores às forças de adesão à smear layer formada após preparação com broca diamantada, não sendo essa diferença estatisticamente significativa (Tagami et al. 1991).

A amostra aleatoriamente selecionada é composta por dentes armazenados numa solução de Cloramina T 0,5% a 4°C durante uma semana e, de seguida, deixados em água destilada a 4°C, de acordo com as normas ISO/TR 11405, por um período não superior a 3 meses. Este processo de armazenamento verificou-se semelhante a outros estudos disponíveis na literatura (De Munk et al., 2003; Marchesi et al., 2014; Muñoz et al., 2014; Perdigão et al., 2014; Shibata et al., 2016).

O procedimento adesivo foi executado pelo mesmo operador em ambos os grupos experimentais testados, sendo Grupo A: (ABU SE) e Grupo B: (ABU SE + A).

A camada adicional de resina hidrofóbida aplicada no Grupo B corresponde à resina adesiva Adper™ Scotchbond™ Multi-Purpose (3M ESPE, St. Paul, MN, USA), já demonstrou em estudos clínicos que confere excelentes resultados num período de 3 anos (Van Meerbeek et al., 1996; Ozgünlaltay et al., 2002). De seguida, foi aplicada a resina composta ENAMEL Plus HRi (Micerium S.p.A. Avegno (GE) Italy) de cor UD4 em camadas de aproximadamente 2mm, até perfazer uma altura de 6mm, fotopolimerizadas entre si durante 20 segundos, de acordo com as instruções do fabricante. As faces vestibular, lingual, mesial e distal foram polimerizadas adicionalmente por 10 segundos cada, a cada incremento. A fotopolimerização foi efetuada a baixa intensidade 600 mW/cm², com um fotopolimerizador Elipar S10 (3M ESPE Seefeld, Germany).

Apesar das faces vestibular, lingual, mesial e distal terem sido polimerizadas adicionalmente por 10 segundos, a cada incremento, para além dos 20 segundos recomendados pelo fabricante, o número de fraturas coesivas de compósito (CC) e de fraturas mistas (M) foi superior ao desejado, o que pode dever-se a um tempo de polimerização da resina composta recomendado pelo fabricante (20 segundos) inferior ao ideal, tal como defendido por Silva A (2008) e Pequeno A (2009).

Alguns autores têm sugerido modificações nos protocolos de aplicação dos sistemas adesivos TE dois passos e SE um passo, de modo a melhorar a impregnação dos monómeros de resina na rede de colagénio, reduzindo a degradação dessa rede e a absorção de água de modo a obter uma maior durabilidade e integridade da camada híbrida (Chasqueira A et al., 2013; Taschner et al., 2014; Perdigão J et al., 2014).

Tendo isto em conta, este estudo é pertinente de modo a verificar se a adição de uma camada extra de adesivo Universal previne a ocorrência da degradação da camada híbrida com hidrólise da resina e rutura do colagénio, de modo a que não ocorra o comprometimento do mecanismo de adesão.

O teste *in vitro* utilizado para medir a força adesiva da resina à dentina no presente estudo foi o de microtração, desenvolvido por Sano et al. (1994a, 1994c) num esforço de conseguir ensaios de adesão em pequenas áreas. Na essência, este método envolve a adesão de resinas adesivas em toda a superfície dentária oclusal plana, que é depois coberta com um compósito. Este teste é considerado um teste da força adesiva "imediate" à dentina pois foi levado a cabo após um máximo de 24 horas de

armazenamento em água destilada (Pashley et al., 1995; Sano et al., 1994; Hanabusa M et al., 2012).

A força dos sistemas adesivos tem sido tradicionalmente avaliada usando o teste de resistência ao cisalhamento, que é útil na caracterização de materiais que atingem valores até 18-20 MPa. Valores superiores muitas vezes não são possíveis de diferenciar entre a força de um adesivo à força do compósito ou da dentina, pois há um aumento da probabilidade de falha de coesão no interior da dentina. Tais falhas coesivas raramente são vistas clinicamente com os sistemas adesivos. A melhoria dos sistemas adesivos comerciais tornou evidente a necessidade de um método de teste melhor. Para além disso, uma avaliação exata da força de um material adesivo é melhor determinada quando a falha ocorre dentro do próprio material e não envolve a dentina ou o compósito. O teste de microtração permite medir forças de adesão sem falha coesiva da dentina. Usando este método, foi relatada uma resistência à tração da dentina de aproximadamente 106 ± 16 MPa. Os valores mais baixos em relação às falhas da dentina podem ser deste modo enganosos, podendo haver um problema inerente à metodologia deste teste em particular. Esta é uma das principais preocupações com os valores relatados para as falhas coesivas de dentina obtidas quando o teste de resistência ao cisalhamento é utilizado na avaliação de adesivos, sendo esta a principal razão para o desenvolvimento do método de microtração (Schreiner et al., 1998).

Tendo em conta que as falhas clínicas resultam principalmente de forças de tração, o teste de microtração utiliza tração em vez de forças de cisalhamento, sendo este método mais aproximado às aplicações clínicas (Schreiner et al., 1998).

As amostras utilizadas nos ensaios de microtração são preparadas com uma área de superfície mínima que irá, teoricamente, produzir uma distribuição mais uniforme de tensão ao material. Apesar de não terem sido reportadas análises à distribuição de tensões dos espécimes de microtração, é provável que o seu pequeno tamanho tenha levado a uma melhor distribuição da tensão e que as falhas dos materiais ocorram em forças que se aproximam dos seus pontos fortes finais (Sano et al., 1994; Schreiner et al., 1998).

O teste de microtração tira vantagem do fato da resistência à tração ser dependente da área da superfície adesiva. Para reduzir a dispersão dos resultados e aumentar a probabilidade de obter falhas dentro do adesivo, Sano et al (1994)

recomenda testar áreas de superfície de 1.6–1.8 mm². No presente estudo, os palitos testados tinham uma área de aproximadamente 0,7-1 mm², o que é inferior ao aconselhável por Sano et al (1994), no entanto o mesmo autor defende que são necessários mais estudos para melhorar a técnica dos testes às forças de tração, utilizando áreas de superfície ainda menores do que 1 mm² para permitir a avaliação regional da força adesiva dentro de preparações cavitárias complexas em vez ao invés de superfícies planas.

Áreas de superfície mais pequenas estão associadas a maiores forças de adesão à tração e o inverso para áreas de superfície maiores. Este aumento da força adesiva com a diminuição da área da superfície deve-se provavelmente à presença de defeitos ou, a fatores que aumentam a concentração da tensão na interface adesiva ou no interior do substrato (Pashley et al., 1995; Schreiner et al., 1998, Phrukkanon et al., 1998; Perdigão J et al., 2002).

Segundo Phrukkanon et al.; 1998, uma possível desvantagem deste estudo, é o fato de os espécimes serem quadrados, o que não é o ideal para estes testes de resistência adesiva, devido à distribuição desigual do stress através da interface adesiva. No entanto, recentemente, Ghassemieh (2008) comparou a distribuição do stress em espécimes do tipo palito, forma de haltere e de ampulheta. Concluiu-o que nos espécimes em palitos a distribuição de stress é menos localizada que nas outras geometrias, pressupondo um menor número de fraturas coesivas de dentina quando estes são utilizados.

Tal como no ensaio realizado por Pashley et al. (1995), após tratadas e armazenadas em água, as amostras são cortadas na vertical em várias seções de série usando um disco de diamante a baixa velocidade e com refrigeração com água para evitar a produção de calor, prevenindo os efeitos da secagem. Os palitos resultantes são compostos de uma metade superior de resina composta e uma metade inferior de dentina. A área de superfície aderida testada foi calculada a partir da espessura e largura da amostra, medida com um micrómetro digital. As extremidades dos espécimes foram ligadas a um dispositivo de *microgrips* com cola de cianoacrilato e o dispositivo foi em seguida colocado numa máquina de ensaio universal a 1mm/ min em tensão. Após o teste, os modos de fratura de cada amostra foram determinadas através de um microscópio de dissecação com ampliação de 10x.

A única diferença no procedimento foi que, no presente estudo não foi realizado o passo em que é usada uma broca ultra- fina de diamante para reduzir a interface adesiva, de modo a obter uma forma de ampulheta, assegurando o desenvolvimento de tensão máxima nessa região (Pashley et al., 1995).

Neste estudo, em ambos os grupos experimentais testados, o tipo de fratura predominante foi a adesiva apresentando valores de 70,1% no grupo ABU SE+A e de 52,5% no grupo ABU SE (tabela 6). Estes resultados estão de acordo com estudos prévios da literatura realizados por Sano et al., 1994; Pashley et al., 1995; Phrukkanon et al., 1998; Schreiner et al., 1998; Ghassemieh et al., 2008; em que, este método de ensaio demonstrou mais falhas dos espécimes na interface resina adesiva/dentina, o que provavelmente nos proporciona uma maior informação no que diz respeito ao potencial adesivo, sendo que uma avaliação precisa da força de um material adesivo é melhor determinada quando a falha ocorre dentro do próprio material e não envolve a dentina ou compósito.

Embora este teste nos ajude a diferenciar um padrão para a força adesiva imediata entre os dois grupos testados, ABU SE e ABU SE+A, uma das suas limitações é o fato de a estabilidade e a durabilidade adesiva se manterem questionáveis. A maioria dos atuais adesivos bem sucedidos atingem altas forças de adesão imediatamente após a polimerização da resina, mas a longevidade de tais ligações adesivas continua a ser das áreas de maior interesse em odontologia adesiva (Sano et al., 1994).

Assim como aconteceu nos estudos de Marchesi et al. (2014) e Perdigão et al. (2014), no presente estudo, as falhas pré-teste, nomeadamente palitos descolados e perdidos, em cada grupo de teste, aquando da preparação, foram registadas, porém não incluídas para análise estatística. No entanto, não está definida qual a interpretação mais correta das falhas pré-teste, continuando atualmente sendo levada a debate em reuniões científicas. A fim de evitar as falhas pré-teste, a preparação da amostra deve ser o mais atraumática possível; uma medida descrita na literatura é a utilização de alginato ou gipsita para preenchimento dos espaços criados à medida que os dentes são longitudinalmente seccionados, segundo os eixos “x” e “y” (Mine et al., 2009; Van Meerbeek et al., 2010; Walter et al., 2012).

A hipótese nula foi aceite uma vez que não existem diferenças estatisticamente significativas entre a força de adesão imediata à dentina de um Sistema Adesivo

Universal (All-Bond Universal™ Adhesive, Bisco, Schaumburg, IL, USA) quando aplicado, segundo as instruções do fabricante, pela técnica Self-etch, e do mesmo Sistema Adesivo Universal quando aplicada uma camada adicional de resina hidrofóbica (Adper™ Scotchbond™ Multi-Purpose, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA), segundo as instruções do fabricante ($p=0,54$). No entanto, os resultados foram ligeiramente superiores no grupo ABU SE+A ($26,1 \pm 1,5$ MPa) comparativamente com o ABU SE ($24,6 \pm 1,7$ MPa), com um intervalo de confiança de 95%, o que nos dá uma inclinação para a vantagem da utilização de uma camada extra de adesivo.

Adesivos SE têm água ou solventes orgânicos incorporados em monômeros de resina, a fim de facilitar a penetração mais profunda e completa de monômeros na dentina, aumentando a retenção micromecânica. Este território hidrofílico pode induzir a absorção de água com a posterior instabilidade da camada híbrida e degradação hidrolítica. Portanto, uma explicação possível para os resultados é que uma camada adicional de resina hidrofóbica neste tipo de sistemas adesivos reduz a permeabilidade da camada híbrida e aumenta a espessura e uniformidade da camada adesiva, com uma consequente redução da retenção de água e solvente nessa região, melhorando a qualidade adesiva. Foi verificado por certos autores, como Hashimoto M et al. (2004); Ito S et al.(2005); Breschi L et al. (2008) e Chasqueira A et al. (2013), valores superiores na força de adesão quando aplicada uma camada extra de adesivo nos sistemas SE de um passo (Reis A et al., 2008).

Em 2008, Reis A et al., estudou a força adesiva, imediata e após 6 meses, de três sistemas adesivos SE, com dois modos diferentes de aplicação - dupla aplicação ou colocação de uma camada extra de resina hidrofóbica sobre o adesivo-comparativamente com a aplicação, segundo as instruções do fabricante. A hipótese nula foi de que não haveriam diferenças nas forças adesivas entre os três adesivos com as diferentes técnicas de aplicação quando comparados com o grupo de controle. No entanto, os três adesivos testados apresentaram melhores resultados adesivos, imediatos e após 6 meses, quando aplicada uma dupla camada ou uma camada extra de resina hidrofóbica, comparativamente com o grupo controle que seguiu as indicações do fabricante. O autor defendeu ainda que, o aumento da força adesiva quando aplicada a camada extra de resina hidrofóbica pode dever-se ao fato de ocorrer um aumento da espessura da camada adesiva, que é conhecida por reduzir os efeitos prejudiciais da contração de polimerização dos compósitos, e por uma melhoria da distribuição da

tensão durante os testes laboratoriais. Para além disso, a camada hidrofóbica extra aumenta a hidrofobicidade da camada adesiva, tornando-se menos permeável ao movimento de água (Reis A et al., 2008).

Por outro lado, tem sido defendido que não existe qualquer relação entre a espessura da camada híbrida e a eficácia da adesão, desde que haja uma desmineralização uniforme da dentina e uma completa impregnação da mesma por resina (Chasqueira A et al., 2013).

Os testes de adesão, embora não sejam perfeitos, permitem o desenvolvimento de técnicas e sistemas adesivos melhorados (Pashley et al., 1995).

No futuro, mais estudos imediatos e a longo prazo deverão ser realizados, de modo a determinar se existe realmente vantagem da aplicação de uma camada hidrofóbica adicional.

Conclusão

Tendo em conta as limitações deste estudo laboratorial, pode-se concluir que, não há diferenças estatisticamente significativas na eficácia da adesão à dentina com o adesivo ABU, usando a técnica Self-etch, quando aplicado com ou sem uma camada extra de adesivo, neste caso Scotchbond Multipurpose. O grupo ABU SE+A obteve resultados ligeiramente superiores ao grupo ABU SE ($p=0,54$).

Tendo em conta que os adesivos Universais são algo ´recente` no mercado, e que o conceito de ´camada extra de adesivo` é pouco falada na literatura. São necessários mais estudos in vitro e in vivo, de modo a termos resultados mais fiáveis sobre este procedimento, para que possam ser utilizados futuramente com maior conhecimento. Estudos futuros poderão avaliar o efeito a longo prazo da aplicação de uma camada extra de adesivo no desempenho da adesão à dentina com os sistemas self-etch.

Significância clínica: Embora os resultados deste estudo demonstrem uma ligeira inclinação para uma melhoria da eficácia na adesão à dentina com a técnica self-etch quando se aplicada uma camada extra de adesivo, estes não são estatisticamente significativos.

Referências

Armstrong SR, Boyer DB, Keller JC. Microtensile bond strength testing and failure analysis of two dentin adhesives. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 1998; 14(1):44-50.

Barcellos DC, Fonseca BM, Pucci CR, Cavalcanti BN, Persici ES, Gonçalves SEP. Zn-doped etch-and-rinse model dentin adhesives: Dentin bond integrity, biocompatibility, and properties. Dental materials 2016.

Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 2008; 24(1):90-101.

Chasqueira AF, Arantes-Oliveira S, Portugal J, Effect of changes to the manufacturer application techniques on the shear bond strength of simplified dental adhesives. J Appl Biomater Funct Mater 2013; 117 121 11 (2):

Chen LN, Niu H, Xie ZY, Zang LQ, Zhou K, Jiao JH, Chen DH, Pashley FR, Tay. Journal of Dentistry 2015.

De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, Lambrechts P, Vanherle G. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. J Dent Res. 2003 Feb;82(2):136-40.

Fukuda R, Yoshida Y, Nakayama Y, Okazaki M, Inoue S, Sano H, et al. Bonding efficacy of polyalkenoic acids to hydroxyapatite, enamel and dentin. Biomaterials 2003; 24(11):1861-7.

Ghassemieh E. Evaluation of sources of uncertainties in microtensile bond strength of dental adhesive system for different specimen geometries. Dent Mater. 2008 Apr;24(4):536-47.

Grégoire G, Sharrock P, Prigent Y. Materials Science & Engineering C 2016.

Hanabusa M, Mine A, Kuboki T, Momoi Y, Van Ende A, Van Meerbeek B, et al. Bonding effectiveness of a new 'multi-mode' adhesive to enamel and dentine. Journal of dentistry 2012; 40(6):475-84.

Hashimoto M, Sano H, yoshida E, et al. Effects of multiple adhesive coatings on dentin bonding. *Oper Dent*. 2004; 29(4): 416-423.

Ito S, Tay FR, Hashimoto M, et al. Effects of multiple coatings of two all-in-one adhesives on dentin bonding. *J Adhes Dent*. 2005; 7(2): 133-141.

Marchesi G, Frassetto A, Mazzoni A, Apolonio F, Diolosà M, Cadenaro M, Di Lenarda R, Pashley DH, Tay F, Breschi L. Adhesive performance of a multi-mode adhesive system: 1-year in vitro study. *J Dent*. 2014, 42(5):603-12.

Mine A, De Munck J, Cardoso MV, Van Landuyt KL, Poitevin A, Kuboki T, Yoshida Y, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bonding effectiveness of two contemporary self-etch adhesives to enamel and dentin. *J Dent*. 2009 Nov;37(11):872-83.

Munoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *Journal of dentistry* 2013; 41(5):404-11.

Muñoz MA, Sezinando A, Luque-Martinez I, Szesz AL, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH, Perdigão J. Influence of a hydrophobic resin coating on the bonding efficacy of three universal adhesives. *J Dent*. 2014 May;42(5):595-602.

Oliveira SS, Pugach MK, Hilton JF, Watanabe LG, Marshall SJ, Marshall GW, Jr. The influence of the dentin smear layer on adhesion: a self-etching primer vs. a total-etch system. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 2003; 19(8):758-67.

Operative Dentistry. Cochran MA. 2003, 28-3, 213-214

Ozgünlaltay G, Onen A. Three-year clinical evaluation of a resin modified glassionomer cement and a composite resin in non-carious class V lesions. *J Oral Rehabil*. 2002 Nov;29(11):1037-41.

Pashley DH, Derkson GD, Tao L, Derkson M, Kalathoor S. The effects of a multi-step dentin bonding system on dentin permeability. *Dental Materials* 1988; 4: 60-63.

Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dental materials* : official publication of the Academy of Dental Materials 1995; 11(2):117-25.

Pashley DH, Tay FR. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel. *Dental materials* : official publication of the Academy of Dental Materials 2001; 17(5):430-44.

Pequeno A. Efeito da alteração do modo de aplicação de um adesivo etch-and-rinse nas forças de adesão (dissertação). Lisboa: Instituto Superior de Ciências da Saúde Egas Moniz; 2009.

Perdigao J, Geraldeli S, Carmo AR, Dutra HR. In vivo influence of residual moisture on microtensile bond strengths of one-bottle adhesives. *Journal of esthetic and restorative dentistry* : official publication of the American Academy of Esthetic Dentistry [et al] 2002; 14(1):31-8.

Perdigao J, Gomes G, Gondo R, Fundingsland JW. In vitro bonding performance of all-in-one adhesives. Part I--microtensile bond strengths. *The journal of adhesive dentistry* 2006; 8(6):367-73.

Perdigao J, Loguercio AD. Universal or Multi-mode Adhesives: Why and How? *The journal of adhesive dentistry* 2014; 16(2):193-4.

Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. *Dental materials* : official publication of the Academy of Dental Materials 1998; 14(2):120-8.

Reis A, Albuquerque M, Pegoraro M, Mattei G, Bauer JRO, Grande RHM, Klein-Junior CA, Baumhardt-Neto R, D.Loguercio A. Can the durability of one-step self-etch adhesives be improved by double application or by an extra layer of hydrophobic resin?. *Journal of Dentistry* 36 (2008) 309-315.

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dental materials* : official publication of the Academy of Dental Materials 1994; 10(4):236-40.

Schreiner RF, Chappell RP, Glaros AG, Eick JD. Microtensile testing of dentin adhesives. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 1998; 14(3):194-201.

Sezinando A, Perdigao J, Regalheiro R. Dentin bond strengths of four adhesion strategies after thermal fatigue and 6-month water storage. *Journal of esthetic and restorative dentistry : official publication of the American Academy of Esthetic Dentistry [et al]* 2012; 24(5):345-55.

Shibata S, Vieira LC, Baratieri LN, Fu J, Hoshika S, Matsuda Y, Sano H. Evaluation of microtensile bond strength of self-etching adhesives on normal and caries-affected dentin. *Dent Mater J.* 2016;35(2):166-73.

Silva A. Efeito do tempo de polimerização nas forças de adesão entre a dentina e as resinas compostas (dissertação). Lisboa: Instituto Superior de Ciências da Saúde Egas Moniz; 2008.

Tagami J, Tao L, Pashley DH, Hosoda H, Sano H. Effects of high-speed cutting on dentin permeability and bonding. *Dent Mater.* 1991 Oct;7(4):234-9.

Taschner M, Nato F, Mazzoni A, Frankenberger R, Kramer N, Di Lenarda R, et al. Role of preliminary etching for one-step self-etch adhesives. *European journal of oral sciences* 2010; 118(5):517-24.

Taschner M, Ku"mmerling M, Lohbauer U, Breschi L, Petschelt A, Frankenberger R. Effect of Double-layer Application on Dentin Bond Durability of Onestep Self-etch Adhesives. *Operative Dentistry*, 2014, 39-4, 416-426.

Van Meerbeek B, Peumans M, Gladys S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Threeyear clinical effectiveness of four total-etch dentinal adhesive systems in cervical lesions. *Quintessence Int.* 1996 Nov;27(11):775-84.

Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, et al. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 2010; 26(2):e100-21.

Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 2011; 27(1):17-28.

Wagner A, Wendler M, Petschelt A, Belli R, Lohbauer U. Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. Journal of dentistry 2014.